N° d'enregistrement au C.N.R.S. : A. O. 6770

Article principal
recouvrant en partie

la **THÈSE** présentée

pour l'obtention
du grade de DOCTEUR ÈS SCIENCES PHYSIQUES

A L'UNIVERSITÉ DE PARIS VI

par

**Madame Françoise FAUDOT**

---

*Sujet de la thèse :*

# Température de transition ductile-fragile et propriétés mécaniques à basse température d'un alliage fer-azote de haute pureté

*soutenue le 21 mars 1972*

*devant la commission d'examen composée de :*

| | | |
|---|---|---|
| M. | J. OUDAR | Président |
| M. | A. MICHEL | Examinateurs |
| M. | P. LEHR | |
| Mme | S. TALBOT-BESNARD | |

N° d'enregistrement au C.N.R.S. : A. O. 6770

Article principal
recouvrant en partie

la **THÈSE** présentée

pour l'obtention
du grade de DOCTEUR ÈS SCIENCES PHYSIQUES

A L'UNIVERSITÉ DE PARIS VI

par

**Madame Françoise FAUDOT**

---

*Sujet de la thèse :*

# Température de transition ductile-fragile et propriétés mécaniques à basse température d'un alliage fer-azote de haute pureté

*soutenue le 21 mars 1972*

*devant la commission d'examen composée de :*

| | | |
|---|---|---|
| M. | J. OUDAR | Président |
| M. | A. MICHEL | Examinateurs |
| M. | P. LEHR | |
| Mme | S. TALBOT-BESNARD | |

Digitized by the Internet Archive
in 2026

https://archive.org/details/IA41543517_0039

# Influence de l'azote sur la température de transition ductile-fragile du fer de haute pureté (*)

par Mme F. FAUDOT, M. J. BIGOT et Mme S. TALBOT-BESNARD (**)

## INTRODUCTION

Les diverses études de l'influence de l'azote sur la température de transition ductile-fragile du fer ont conduit à des conclusions contradictoires (1) (2) (3) (4).

Ceci peut être attribué aux faits que l'azote n'intervient pas seul, les matériaux utilisés n'ayant pas des puretés équivalentes, ou que cet élément se trouve dans des états différents dans la matrice.

Nous nous proposons de connaître l'influence de l'addition d'azote sur la température de transition ductile-fragile d'un fer polycristallin particulièrement pur, préparé par la méthode de fusion de zone. Pour cela nous avons étudié, en fonction de la température, les caractéristiques mécaniques en traction du fer de fusion de zone et de ce même métal nitruré. Nous avons suivi l'évolution de la charge à la limite élastique et de la charge maximale lorsque la température décroît et déterminé la température de transition ductile-fragile du fer. Sur les courbes « allongement maximal en fonction de la température d'essai», nous considèrerons que la température de transition est celle correspondant à un allongement de 2 %.

Nous avons déterminé l'influence de l'azote dans différents états : en solution solide après trempe depuis 590 °C et sous forme de précipités obtenus par des traitements thermiques appropriés définis dans un travail antérieur (5).

## CONDITIONS EXPÉRIMENTALES

Les matériaux de départ sont du fer de fusion de zone et ce même fer nitruré. La nitruration est obtenue par maintien du métal en fusion sous atmosphère d'azote pur (5).

Les matériaux sont laminés au laminoir à gorges puis tréfilés jusqu'à un diamètre de 3 mm. Toutefois, pour les échantillons nitrurés, le dernier traitement nécessite un recuit préalable de 1 heure à 850 °C sous atmosphère d'azote pur.

Après tronçonnage, ces fils serviront d'éprouvettes de traction, la longueur utile étant de 20 mm.

Les essais de traction sont effectués sur une machine Instron à une vitesse de $4 \cdot 10^{-4}$ sec$^{-1}$. Ils sont conduits à différentes températures comprises entre + 60 °C et — 196 °C. Pour les températures supérieures à l'ambiante, les échantillons sont maintenus dans un bain d'huile thermostaté. Pour les basses températures (fig. 1),

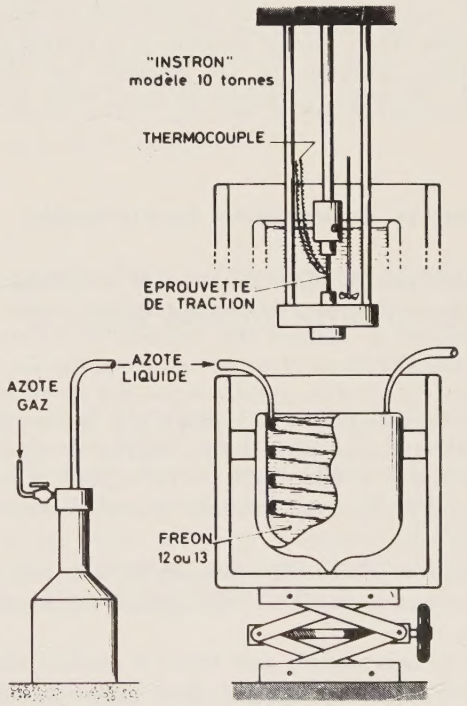


Fig. 1. — *Schéma de l'appareil de traction à basses températures.*

(*) Communication présentée aux Journées d'Automne de la Société Française de Métallurgie, Paris (octobre 1971).
(**) Centre d'Etudes de Chimie Métallurgique du C.N.R.S., Vitry-sur-Seine.

les éprouvettes plongent dans un bain de fréon 12 ou 13 contenu dans un vase « Dewar ». La mise en température du bain est obtenue par circulation d'azote liquide dans un serpentin de cuivre. Au cours de l'essai, l'agitateur est maintenu à l'arrêt et la variation de la température mesurée à l'aide d'un thermocouple n'excède pas ± 1 °C.

## TRACTION A BASSE TEMPÉRATURE DU FER DE FUSION DE ZONE (6)

Afin de faciliter la comparaison avec les échantillons nitrurés, nous avons déterminé la température de transition ductile-fragile d'un fer de zone fondue à « petits grains » à l'état refroidi lentement ou à l'état trempé.

La dénomination à « petits grains » correspond à la présence d'une vingtaine de grains dans la section des échantillons. Cette taille relativement petite pour un fer de haute pureté est obtenue en faisant subir au barreau de zone fondue trois cycles autour du point $A_3$ afin de détruire les gros grains formés lors du traitement de fusion de zone. Deux séries d'éprouvettes préparées à partir de ce barreau sont recristallisées par un recuit de 1 heure à 700°C sous atmosphère d'hydrogène pur (7). La première subit ensuite un recuit de 2 heures à 590°C sous azote purifié, suivi d'une trempe à 0 °C, dans du mercure, sous vide primaire. Pour la seconde série, ce recuit est suivi d'un refroidissement lent. Les recuits sous azote, dans le domaine $\alpha$, n'entraînent pas de pollution décelable en cet élément. Les dosages indiquent une teneur constante en azote avant et après recuit.

### Température de transition ductile-fragile.

Nous avons reporté sur la figure 2 les allongements maximaux en fonction de la température d'essai. Afin de restreindre le nombre des échantillons nécessaires, chaque point correspond à une seule mesure. La faible dispersion des résultats permet cependant d'obtenir une courbe bien déterminée. Il apparaît que la température de transition ductile-fragile du fer dépend du traitement thermique qu'il a subi. Celle du fer refroidi lentement est de — 190 °C, alors que celle du métal trempé est de — 122 °C.

Les courbes peuvent être divisées en trois domaines :

— le domaine fragile où l'allongement macroscopique est nul,

— le domaine ductile dans lequel il apparaît toujours 100 % de striction sur les courbes de traction. Sur les courbes « allongement-température », ce domaine est limité dans sa partie inférieure par un palier,

— le domaine de transition compris entre ces deux domaines.

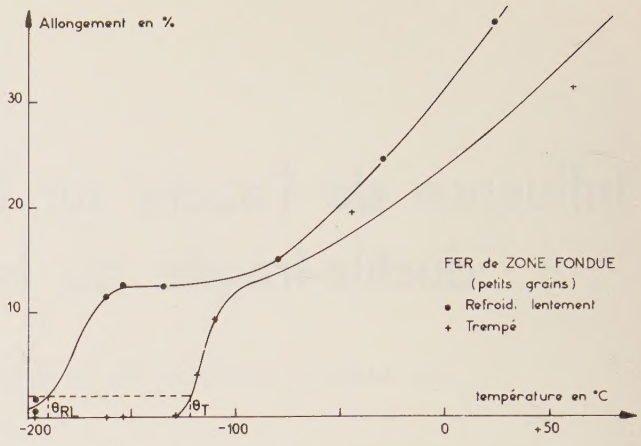


Fig. 2. — *Variation des allongements maximaux en fonction de la température pour du fer de fusion de zone à « petits grains » trempé ou refroidi lentement. Définition des températures de transition correspondantes.*

Le domaine de transition du métal refroidi lentement est légèrement plus étendu que celui du métal trempé.

Dans le domaine ductile, les allongements du fer de fusion de zone refroidi lentement sont supérieurs à ceux du fer trempé. L'allongement croît régulièrement avec la température. Dans le domaine fragile, pour le fer refroidi lentement la rupture est transgranulaire (fig. 3). On note l'aspect caractéristique de clivage traversant les macles (8). Dans le cas du fer trempé, la rupture est intergranulaire (fig. 4).

Cette variation du faciès de rupture en fonction du traitement thermique avait été observée par d'autres auteurs (9) (10) sur un métal contenant des teneurs élevées en éléments métalloïdiques (oxygène, carbone, soufre, phosphore). Pour le fer de zone fondue, cette modification du mécanisme de la rupture, tout comme la variation de la température de transition, en fonction des traitements thermiques, se produit pour de très faibles teneurs en impuretés. En effet, des dosages effectués par chromatographie en phase gazeuse sur des

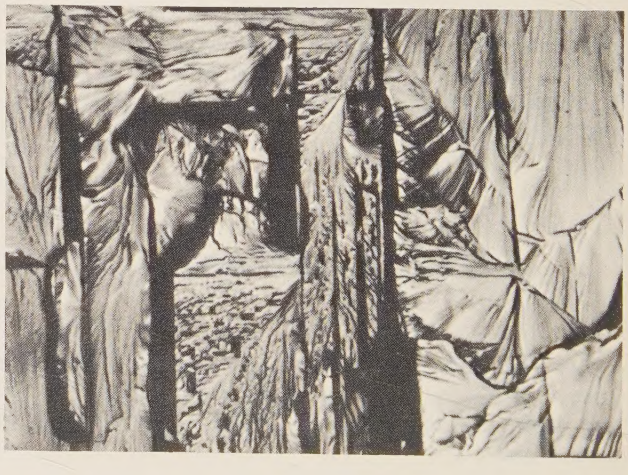

Fig. 3. — *Rupture transgranulaire d'une éprouvette de fer de fusion de zone à « petits grains », tractionnée à* —196 °C, *après refroidissement lent.* × 280 (*réduction de* 3/11 *à la reproduction*).

Fig. 4. — *Rupture intergranulaire d'une éprouvette de fer de fusion de zone à « petits grains », tractionnée à* —154 °C, *après trempe.* × 280 (*réduction de* 3/11 *à la reproduction*).

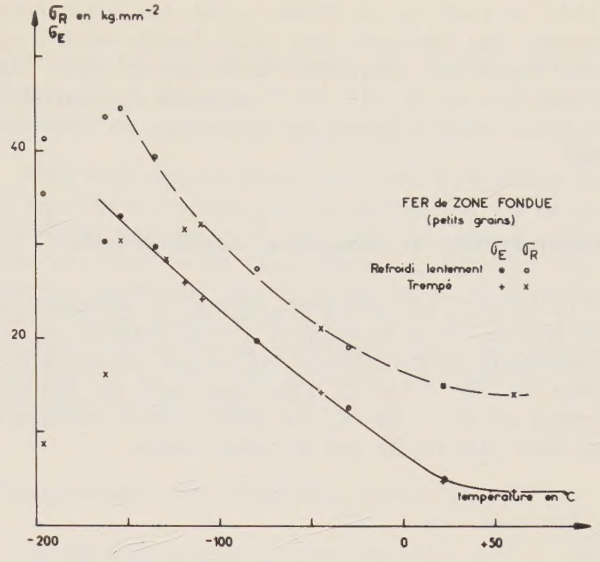


Fig. 5. — *Variation de la limite élastique et de la charge maximale du fer de zone fondue à « petits grains » trempé ou refroidi lentement, en fonction de la température de l'essai.*

échantillons traités donnent : $7 . 10^{-6}$ en carbone (11), $13 . 10^{-6}$ en oxygène (12). La teneur en azote évaluée par microkjeldahl est de $16 . 10^{-6}$ (13). Des dosages par les méthodes d'activation montrent que les teneurs en soufre et phosphore sont respectivement de 0,25 à $0{,}35 . 10^{-6}$ (14) et de $0{,}8 . 10^{-6}$ (15), la teneur globale en éléments métalliques étant de $1{,}33 . 10^{-6}$ (15).

La fragilité du fer à basse température paraît donc influencée par la présence d'éléments métalloïdiques en très faible teneur, et l'effet produit dépend de l'état de l'impureté dans la matrice.

### Limite élastique et charge maximale.

Sur la figure 5 sont reportées : la limite élastique macroscopique $\sigma_E$ et la charge maximale $\sigma_R$ en fonction de la température. Pour le métal de zone fondue, les courbes de traction ne présentent pas de discontinuité à la limite élastique quelle que soit la température de l'essai envisagé, que le métal soit refroidi lentement ou trempé. Ce comportement différent de celui observé par d'autres auteurs (16) pourrait être attribué soit à la pureté, soit à une différence de taille de grains (17) (18), soit à une différence de vitesse de traction (19).

Toutefois les vitesses de déformation étant comparables, il semble que les autres facteurs soient prépondérants.

On admet généralement que la charge à la limite élastique des polycristaux comprend trois termes : la composante thermiquement activée, la composante athermique et un terme rendant compte du facteur taille de grains (20). Dans le domaine thermiquement activé, entre — 150 °C et la température ambiante, pour du fer de zone fondue polycristallin, les points représentatifs de la limite élastique (fig. 5), se placent sensiblement sur une droite. L'aspect de la courbe est analogue à celui observé sur des monocristaux de fer pur (21) (22). Ces résultats confirment les hypothèses théoriques relatives à la variation de la cission critique des monocristaux avec la température (23).

Dans le cas d'un fer de zone fondue, les composantes athermique et thermiquement activée de la limite élastique sont indépendantes du traitement thermique que le métal soit trempé ou refroidi lentement. En effet, dans les deux cas, la courbe « contrainte à la limite élastique - température d'essai » est la même.

A basse température, la charge maximale augmente quand la température décroît, mais cette variation n'est plus linéaire. On note l'amorce d'un palier à température ambiante. La courbe est la même quel que soit le traitement thermique envisagé. D'après Conrad, la variation de la charge maximale en fonction de la température serait régie par le même mécanisme que celui de la limite élastique (24).

## PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES DU FER DE ZONE FONDUE NITRURÉ (25)

Nous avons étudié ensuite les caractéristiques mécaniques du fer nitruré en fonction de la température pour différentes répartitions de l'azote dans ce métal.

Nous nous sommes attachés, dans un premier temps, aux cas où l'azote se trouve maintenu soit en solution solide par la trempe, soit sous forme de précipités $Fe_{16}N_2$ après refroidissement lent (2).

### Caractéristiques mécaniques du métal refroidi lentement ou trempé.

Deux séries d'échantillons subissent des traitements identiques à ceux du fer de fusion de zone mais l'atmo-

sphère de recuit est de l'azote purifié. Les échantillons trempés sont conservés dans l'azote liquide avant traction. Après ces traitements, la teneur en azote des échantillons est de $312 . 10^{-6}$ en poids et le nombre de grains dans la section des éprouvettes est d'environ 500.

### *Température de transition ductile-fragile.*

La figure 6, où nous avons reporté les allongements en fonction de la température d'essai, montre que la température de transition du fer nitruré refroidi lentement est de — 150 °C, alors que celle de l'alliage trempé est de — 185 °C. Le métal refroidi lentement est donc plus fragile que le métal trempé.

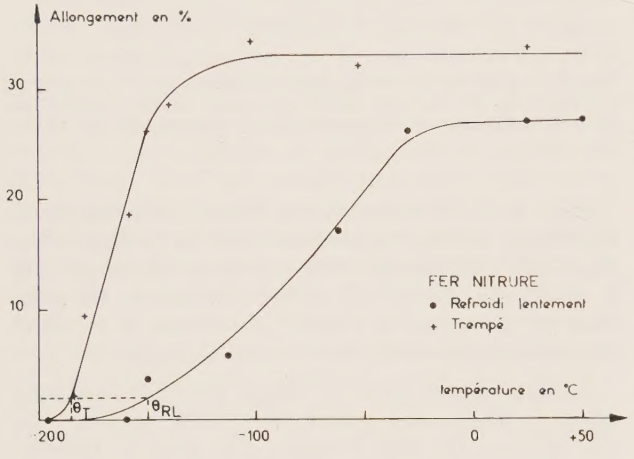


Fig. 6. — *Variation des allongements maximaux en fonction de la température pour du fer de zone fondue nitruré trempé ou refroidi lentement. Définition des températures de transition correspondantes.*

Les allongements du fer nitruré trempé sont supérieurs à ceux du métal refroidi lentement. Le domaine de transition est moins étendu pour le fer nitruré trempé (83 °C) que pour le fer nitruré refroidi lentement (150 °C).

Dans les deux cas l'aspect de la rupture dans le domaine fragile est essentiellement transgranulaire.

### *Limite élastique et charge maximale.*

Pour le métal nitruré, les courbes « effort-déformation » présentent toutes une discontinuité à la limite élastique quels que soient le traitement thermique et la température de l'essai envisagés. A l'état trempé, dès 50 °C, apparaît le phénomène Portevin - Le Chatelier, par contre après refroidissement lent, les courbes de traction ne présentent aucune irrégularité à cette température. Ceci est en accord avec des résultats antérieurs (26) (27). Ce phénomène se produit à température peu élevée car la taille des grains est faible et la vitesse de traction lente (26) (28) (29).

Limite élastique.

L'évolution de la limite élastique inférieure en fonction de la température de l'essai est représentée sur la figure 7. Nous notons que les composantes athermiques ont la même valeur que le métal nitruré soit trempé ou refroidi lentement. Pour comparer ces résultats à ceux obtenus sur le métal de zone fondue, il nous faut tenir compte de l'influence de la taille des grains. Nous pouvons corriger la valeur de la limite élastique du fer de zone fondue en appliquant la relation de Petch (30) :

$$\sigma = \sigma_0 + k d^{-1/2}$$

où $\sigma$ est la charge à la limite élastique inférieure, $\sigma_0$ et $k$ des constantes qui dépendent à la fois de la température et de la pureté du métal et $d$ le diamètre du grain. A la température ambiante, en prenant $k = 0{,}55$ kg . $mm^{-3/2}$ (16), la valeur corrigée de la composante athermique du fer de zone fondue est 6 kg . $mm^{-2}$. Par conséquent, l'addition d'azote au fer de zone fondue a pour effet d'augmenter les contraintes internes dans le métal. Ce phénomène a déjà été observé sur des monocristaux de fer nitruré (31).

Dans le domaine des basses températures la présence d'azote modifie la variation de la composante thermiquement activée en fonction de la température. Pour le fer nitruré trempé, cette composante apparaît à partir de — 30 °C. Pour le fer nitruré refroidi lentement ou pour le fer de zone fondue, elle apparaît dès la température ambiante. Après refroidissement lent, la limite élastique inférieure du fer nitruré augmente plus rapidement que celle du fer pur, quand la température décroît. Après trempe, l'azote étant en solution solide, la variation de $\sigma_E$ n'est plus linéaire et elle présente

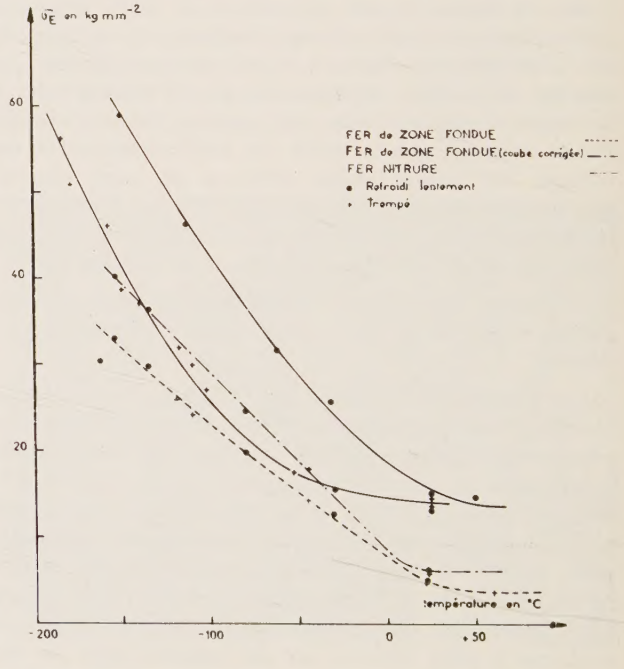


Fig. 7. — *Variation de la limite élastique inférieure en fonction de la température de l'essai, pour du fer nitruré et du fer de zone fondue trempé ou refroidi lentement.*

une concavité de même sens que celle observée sur la courbe $\sigma_R = f(t)$ du fer de zone fondue (fig. 5).

Nous avons calculé, comme précédemment, quelles seraient les valeurs de la charge à la limite élastique du fer de zone fondue, s'il avait une taille égale à celle du fer nitruré. Pour cela, nous avons appliqué la relation de Petch (30) en prenant pour $k$ les valeurs données par Christ (16) pour du fer pur à différentes températures. Après correction et dans un certain domaine de température (fig. 7), nous constatons que la limite élastique de la solution solide fer-azote est plus faible que celle du métal pur. Cet adoucissement du métal a déjà été observé par Christ (16), Sakamoto et ses collaborateurs (32) dans le cas d'alliages fer-azote polycristallin et par Nakada et Keh (33) sur des monocristaux.

CHARGE MAXIMALE.

La figure 8 montre la variation de la charge maximale en fonction de la température d'essai.

A température ambiante, les valeurs obtenues sont les mêmes que le métal soit trempé ou refroidi lentement. Nous pouvons appliquer aussi dans ce cas la loi de Petch (30) (34) (19) pour tenir compte de l'effet de la taille des grains. Après correction, nous remarquons que l'augmentation de la teneur en azote dans le fer a pour effet d'élever la charge maximale à température ambiante.

A basse température, les résultats obtenus sont différents selon le traitement thermique. Comme pour la charge à la limite élastique, nous observons un adoucissement du fer nitruré trempé. Après refroidissement lent, l'augmentation de la teneur en azote, élève la charge maximale quelle que soit la température.

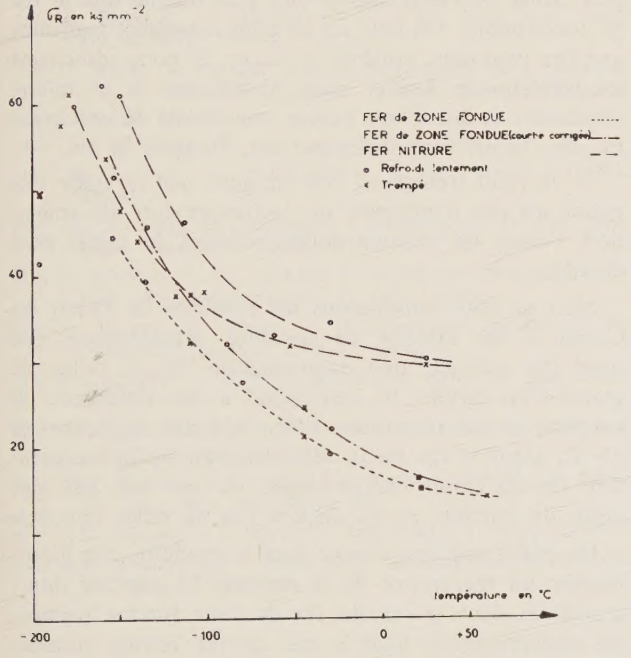


Fig. 8. — *Variation de la charge maximale du fer nitruré et du fer de zone fondue trempé ou refroidi lentement en fonction de la température de l'essai.*

## Caractéristiques mécaniques du métal nitruré trempé et revenu.

Nous nous sommes ensuite intéressés à l'influence de la répartition des précipités de nitrures sur les caractéristiques mécaniques du fer. Dans un travail précédent (5), nous avons étudié l'effet de différents traitements thermiques sur la nature et la morphologie des précipités d'azote dans le fer. Ceci nous a conduits à situer trois stades de précipitation qui sont obtenus par revenus à 160, 250 et 300 °C d'échantillons initialement trempés depuis 590 °C.

### *Température de transition ductile-fragile.*

La figure 9 montre qu'après revenu à 160 °C, les précipités étant sous forme de $Fe_{16}N_2$ (13), la température de transition est de —161 °C. Après revenu à 250 °C, les précipités ayant l'aspect de rubans (13) elle est de — 189 °C. Lorsque les précipités sont finement dispersés dans la matrice sous forme de $Fe_4N$ (13), le métal est encore ductile à la température de l'azote liquide. La température de transition ductile-fragile du fer est donc influencée par la répartition des nitrures dans la matrice.

Si nous comparons ces résultats à ceux obtenus pour le fer nitruré trempé dont la température de transition est de — 185 °C, nous constatons que les nitrures $Fe_4N$ finement dispersés dans la matrice rendent le métal plus ductile. Par contre, la présence de précipités de grande taille après refroidissement lent, fragilise le métal. Pour des précipités de même nature ($Fe_{16}N_2$), la température de transition $\theta$ est d'autant plus élevée que les précipités sont plus gros. En effet, après trempe et revenu à 160 °C ($\theta$ = — 161 °C), les précipités ont une longueur moyenne de 1 $\mu$ alors qu'après refroidissement lent ils mesurent environ 10 $\mu$ ($\theta$ = — 150 °C).

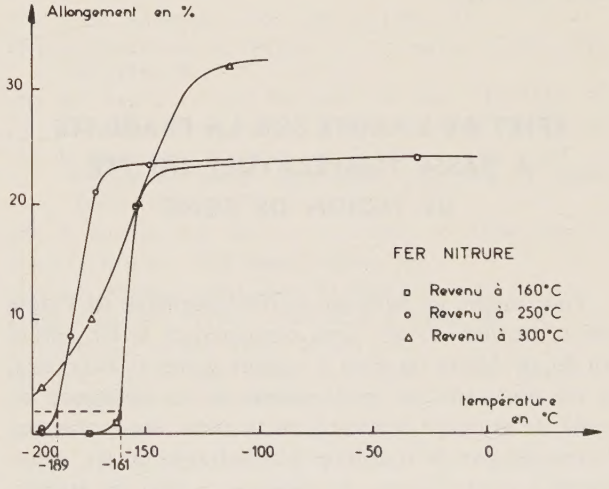


Fig. 9. — *Variation des allongements maximaux en fonction de la température de l'essai de traction pour du fer nitruré trempé et revenu à* 160, 250 *et* 300 °C. *Définition des températures de transition correspondantes.*

### *Limite élastique et charge maximale.*

Les limites élastiques inférieures et les charges maximales à basses températures des échantillons revenus sont représentées sur les figures 10 et 11. Dans le

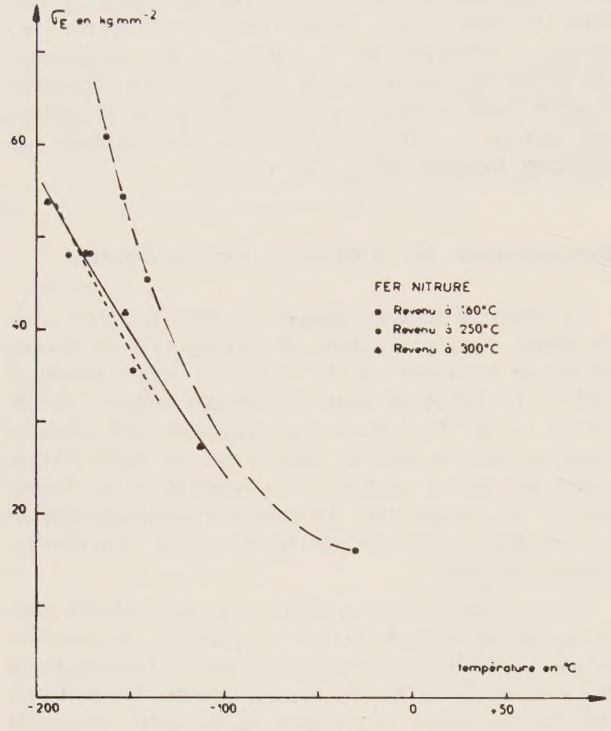


Fig. 10. — *Variation de la limite élastique inférieure en fonction de la température de l'essai, pour du fer nitruré trempé et revenu à* 160, 250 *et* 300 °C.

domaine de température étudié, la charge à la limite élastique et la charge maximale dépendent du traitement thermique.

## EFFET DE L'AZOTE SUR LA FRAGILITÉ Á BASSE TEMPÉRATURE DU FER DE FUSION DE ZONE

Pour mettre en évidence le rôle spécifique de l'azote sur la fragilité du fer, nous comparerons le fer nitruré au fer de fusion de zone à « petits grains ». Pour cela, il est nécessaire de tenir compte de la différence de taille de grains. L'influence de la taille des grains sur la température de transition ductile-fragile du fer, déterminée à partir d'essais de résilience, a déjà été étudiée. Il est généralement admis que l'augmentation du nombre de grains diminue la température de transition ductile-fragile du fer (35) (36) (37). Cependant les

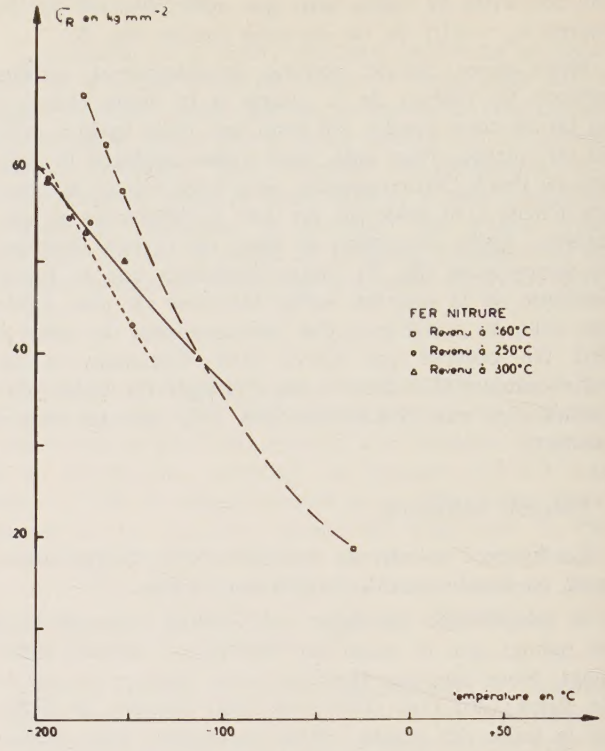


Fig. 11. — *Variation de la charge maximale en fonction de la température de l'essai, pour du fer nitruré trempé et revenu à* 160, 250 *et* 300 °C.

travaux récents de Leslie et de ses collaborateurs (38) (39) semblent indiquer que cette température est indépendante de la taille des grains :

— A l'état refroidi lentement, selon les résultats de Petch et Gupta, la taille des grains du fer nitruré étant plus faible, ce métal devrait être plus ductile que le fer de zone fondue. On note ici un effet nettement contraire que l'on peut donc attribuer à l'azote. Si nous admettons les résultats de Leslie, nous aboutissons à la même conclusion, à savoir que l'azote sous forme de précipités $Fe_{16}N_2$, après refroidissement lent, fragilise le fer.

— A l'état trempé, si l'on suppose que la taille des grains n'a pas d'influence sur la température de transition, l'azote en solution solide rendrait le métal plus ductile.

Mais si nous considérons les résultats de Petch ou Gupta, il est difficile de conclure. Remarquons que pour ces auteurs, une augmentation de la taille de grains d'un facteur 10 correspond à une différence de température de transition déterminée par résilience de 35 °C. Dans le cas de la détermination de la température de transition ductile-fragile du fer pur par des essais de traction, on ne dispose pas de telles données.

De plus l'addition d'azote semble produire une modification du mécanisme de la rupture. La rupture intergranulaire dans le cas du fer de zone fondue trempé, est transgranulaire dans le cas du fer nitruré trempé. Ceci suggère l'existence d'une interaction soit entre l'azote et les impuretés résiduelles du métal de zone fondue, soit entre l'azote et les joints de grains.

## CONCLUSION

Par des essais de traction effectués à différentes températures, nous avons déterminé les caractéristiques mécaniques ainsi que la température de transition ductile-fragile d'un fer de haute pureté et d'un alliage fer-azote. L'utilisation d'un fer de très haute pureté préparé par fusion de zone nous a permis de mettre en évidence l'influence spécifique de l'azote sur la fragilité du fer.

La température de transition du fer de zone fondue dépend du traitement thermique qu'il a subi. Le métal refroidi lentement est fragile à — 190 °C et sa rupture est transgranulaire, celui qui est trempé est fragile à — 122 °C et sa rupture est intergranulaire. Cette variation du mécanisme de la rupture peut être attribuée à une différence de répartition des éléments étrangers dans la matrice. La température de transition ductile-fragile du fer pur serait donc très sensible à la présence et à l'état des impuretés résiduelles du métal. Par contre, dans le domaine de températures étudié, la charge à la limite élastique et la charge maximale sont identiques que le métal soit trempé ou refroidi lentement. Ces caractéristiques sont donc insensibles à l'état des impuretés résiduelles.

L'étude des températures de transition du fer nitruré après différents traitements thermiques, montre que l'influence de l'azote sur la fragilité du fer dépend essentiellement de l'état de cet élément dans la matrice.

Lorsque l'azote se trouve à l'état de précipités $Fe_{16}N_2$, le métal nitruré est plus fragile que le fer pur. Pour une concentration donnée, la température de transition dépend de la morphologie des nitrures précipités.

Lorsque l'alliage est trempé, et si l'on admet que la taille des grains n'intervient pas, l'azote en solution solide rend le métal plus ductile.

L'addition d'azote a pour effet d'élever les contraintes internes dans le métal, et cette augmentation est la même que le métal soit trempé ou refroidi lentement. Son influence sur la composante thermiquement activée varie suivant l'état de cet élément d'addition dans le métal.

## BIBLIOGRAPHIE


(1) B.E. Hopkins, H.R. Tipler. — *J. of Iron and Steel Inst.*, **177** (1954), 110.

(2) W.P. Rees. — *Mém. Sci. Rev. Met.*, **52** (1955), 375-391.

(3) P. Jolly. — *Mém. Sci. Rev. Mét.*, **66** (1969), 605.

(4) W.A. Fischer, K.A. Soraruf, A. Hoffmann. — *Arch. Eisenhüt*, **39** (1968), 57.

(5) C. Bertrand, F. Faudot, J. Bigot, S. Talbot-Besnard. — *C.R. Acad. Sci. Paris*, **272 série C** (1971), 1287-1290.

(6) F. Faudot, J. Bigot, S. Talbot-Besnard. — *C.R. Acad. Sci. Paris*, **273 série C** (1971), 1318.

(7) A. Serreau, O. Dimitrov. — *C.R. Acad. Sci. Paris*, **272 série C** (1971), 173-176.

(8) G. Henry, J. Plateau avec la collaboration de L. Roesch. — La Microfractographie. Editions Métaux (planche 1.9.1.3. - II. 1.4.4.).

(9) C.J. McMahon Jr. — *Acta Met.*, 14 (1966), 839-845.

(10) J.R. Rellick, C.J. McMahon Jr. — *Met. Trans.*, **1** (1970), 929-937.

(11) J.C. Durand, T. Chaudron, J. Montuelle. — *Bull. Soc. Chim. France*, **11** (1965), 3109.

(12) P. Antoniucci, J.C. Durand, B. Rondot, J. Montuelle. — *Bull. Soc. Chim. France*, **3** (1970), 1209.

(13) F. Faudot, J. Bigot. — Colloque de Saint-Pierre de Chartreuse, octobre 1970 (à paraître).

(14) Ph. Albert. — *Numéro spécial des Mém. Sci. Rev. Mét.*, **65** (1968), 11.

(15) S. Talbot-Besnard. — L'industrie Nationale, novembre 1971 (Conférence Bardy).

(16) B.W. Christ, G.V. Smith. — *Numéro Spécial des Mém. Sci. Rev. Mét.*, **65** (1968), 207.

(17) B.W. Christ, G.V. Smith. — *Met. Trans.*, **1** (1970), 827-833.

(18) R.W. Armstrong, I. Codd, R.M. Douthwaite, N.J. Petch. *Phil. Mag.*, **7** (1962), 45.

(19) F. Faudot, S. Talbot-Besnard. — *Numéro spécial des Mém. Sci. Rev. Mét.*, **65** (1968), 225.

(20) H. Conrad. — The Relation Between the Structure and Mechanicals Properties of Metals London : Her Majesty's Stationery Office (1963), p. 479.

(21) N.P. Allen, B.E. Hopkins, J.E. McLennan. — *Proc. Roy. Soc.*, **234** (1956), 221.

(22) D.F. Stein, J.R. Low Jr. — *Acta Met.*, **14** (1966), 1183.

(23) J. Friedel. — Internat. Conf. on Fatigue. Detroit (1958), p. 220.

(24) H. Conrad. — *Phil. Mag.*, **5** (1960), 745.

(25) F. Faudot, J. Bigot. — *C.R. Acad. Sci. Paris*, **273 série C** (1971), 1420.

(26) C. Boulanger. — *C.R. Acad. Sci. Paris*, **228** (1949), 2026.

(27) A. Portevin, F. Le Chatelier. — *C.R. Acad. Sci. Paris*, **176** (1923), 507.

(28) F. Le Chatelier. — *Rev. Mét.*, **6** (1909), 914.

(29) R. Tamhankar, J. Plateau, C. Crussard. — *Rev. Mét.*, **55** (1958), 383.

(30) N.J. Petch. — *J. of Iron and Steel Inst.*, **174** (1953), 25.

(31) A.S. Keh, Y. Nakada. — *Canad. J. Phys.*, **45** (1967), 1101.

(32) K. Sakamoto, H. Wada, T. Sugeno. — Int. Conf. on Strength of Metals and Alloys Japan Inst. of Metals, Tokyo (1968), p. 436.

(33) Y. Nakada, A.S. Keh. — *Acta Met.*, **16** (1968), 903.

(34) N.J. Petch. — *Phil. Mag.*, **1** (1956), 186.

(35) A.N. Stroh. — *Phil. Mag.*, **2** (1957), 418.

(36) I. Codd, N.J. Petch. — *Phil. Mag.*, **5** (1960), 30.

(37) I. Gupta. — *Met. Trans.*, **2** (1971), 323.

(38) W.C. Leslie, R.J. Sober, S.G. Babcock, S.J. Green. — *Trans. A.S.M.*, **62** (1969), 690.

(39) W.C. Leslie. — *Met. Trans.*, **2** (1971), 1989.

## DISCUSSION

M. Roesch (I.R.S.I.D., Saint-Germain-en-Laye). — Parmi les éléments résiduels qui peuvent avoir une influence sur le mode de rupture, pensez-vous que l'oxygène joue un rôle important ? Ce rôle peut-il être comparé au comportement d'alliages fer-oxygène refroidis de différentes manières ? (La suppression de la fragilité intergranulaire de ces alliages par addition de carbone est attribuée par certains auteurs à un équilibre C — O). Y a-t-il un effet analogue avec l'azote ?

Mme Faudot. — Généralement l'oxygène est considéré comme un élément fragilisant (1) (2) provoquant une rupture intergranulaire. D'autres auteurs attribuent au soufre une influence plus importante que celle de l'oxygène sur la fragilité du fer (3). Cependant, nous ne pouvons pas exclure l'hypothèse d'une fragilité intrinsèque des joints de grains liée au traitement thermique de trempe.

A l'état trempé, la présence d'azote à une teneur de $300 . 10^{-6}$ provoque une rupture transgranulaire. Il est admis que le carbone qui conduit également à une rupture transgranulaire, consolide les joints (4). L'azote semble donc avoir un rôle analogue au carbone, toutefois, à l'état refroidi lentement, et pour une teneur de $312 . 10^{-6}$, l'azote fragilise le fer.

M. Parisot (E.N.S.M.A., Poitiers). — Vous avez envisagé une interaction possible entre atomes d'azote et joints de grains. Cette interaction est-elle liée au piégeage des atomes interstitiels auquel on attribue, en frottement intérieur, la variation du paramètre K en fonction de la grosseur des grains ? (K est défini par la relation $K Q_{max}^{-1} = C\ \%$ entre l'intensité du pic de Snoek et la quantité de carbone en solution interstitielle; il diminue lorsque le diamètre moyen des grains augmente).

Mme Faudot. — La différence de mode de rupture observée à l'état trempé entre le fer de zone fondue et ce métal nitruré peut être attribué à une modification de surface des joints de grains par l'azote. Cependant nos expériences ne permettent pas de mettre en évidence la localisation de l'azote après trempe. Par suite, il nous est difficile de savoir si cette interaction est liée au piégeage des atomes d'azote aux joints.

(1) W.P. Rees, B.E. Hopkins. — *J. Iron Steel Inst.*, **172** (1952), 403.
(2) C.J. Mc Mahon Jr. — *Acta Met.*, **14** (1966), 839.
(3) P. Jolly. — *Met. Trans.*, **2** (1971), 341.
(4) N.P. Allen, W.P. Rees, B.E. Hopkins, H.R. Tipler. — *J. Iron Steel Inst.*, **174** (1953), 108.